

JP02-183150

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **02-183150**

(43)Date of publication of application : **17.07.1990**

(51)Int.Cl. **G01N 23/225**

H01J 49/28

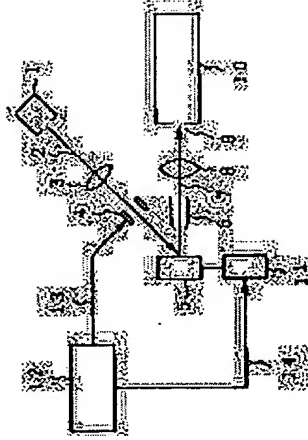
(21)Application number : **01-001318**

(71)Applicant : **HITACHI LTD**

(22)Date of filing : **09.01.1989**

(72)Inventor : **IZUMI EIICHI**
TAYA TOSHIMICHI

(54) **MASS SPECTROMETRY METHOD AND APPARATUS FOR ION**



(57)Abstract:

PURPOSE: To achieve a uniformity in a collection efficiency of secondary ions obtained from a secondary area by combining a mechanical scanning in which a sample is moved in a direction of poor uniformity in a secondary ion collection efficiency with an electric scanning by a primary ion beam.

CONSTITUTION: A primary ion beam 2 generated and accelerated by an ion source 1 impacts on a sample 5 through a lens system 3 and a deflector 4, a secondary ion 7 released from the sample 5 converges on an object slit 9 with a leader electrode 6 and a lens 8 and further, introduced to a mass spectrograph 10 to perform a mass spectrometry. A deflection control signal 13 and a sample movement control signal 14 are applied to the

deflector 4 and a sample finely moving device 11 from a deflector scanner 12. In this manner, the sample is scanned by a primary beam in a first direction and moved in a second direction in substance at the right angle to the first direction, thereby enabling a uniformity in collection efficiency entirely in a secondary area where a secondary ion is generated.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-183150

⑮ Int.Cl.⁵

G 01 N 23/225
H 01 J 49/28

識別記号

庁内整理番号

7172-2G
7170-5C

⑬ 公開 平成2年(1990)7月17日

審査請求 未請求 請求項の数 12 (全6頁)

⑭ 発明の名称 イオンの質量分析法および装置

⑯ 特 願 平1-1318

⑰ 出 願 平1(1989)1月9日

⑱ 発 明 者 泉 栄 一 茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立製作所那珂工場内

⑲ 発 明 者 田 谷 俊 陸 茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立製作所那珂工場内

⑳ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉑ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

イオンの質量分析法および装置

2. 特許請求の範囲

1. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させるように1次ビームで衝撃すること、前記2次的イオンを質量分析すること、前記試料を前記1次ビームで第1の方向に走査すること、前記試料を前記第1の方向に対して実質的に直角な第2の方向に移動させることからなり、それによつて前記2次的イオンは前記試料の走査および移動により決定される前記試料の2次元領域から引出されることを特徴とするイオンの質量分析法。

2. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させるように1次ビームで衝撃すること、前記2次イオンを質量分析すること、前記試料および1次ビームのうち的一方を他方に対して第1の方向に、他方を一方に対して前記第1の方向に対して実質的に直角な方向にそれぞれ移動させる

ことからなり、それによつて前記試料は前記1次ビームで事実上2次元的に走査されることを特徴とするイオンの質量分析法。

3. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させるように1次ビームで衝撃すること、前記2次的イオンを質量分析すること、前記試料を前記1次ビームで第1の方向にくり返し走査すること、その走査ごとに前記試料を前記第1の方向に対して実質的に直角な第2の方向に移動させることからなるイオンの質量分析法。

4. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させるように1次ビームで衝撃すること、前記2次的イオンを質量分散すること、その分散された2次的イオンを検出すること、前記試料を前記質量分散の方向にステップ状に移動させること、その試料のステップ移動ごとにその試料をその試料の移動方向に対して実質的に直角な方向に前記1次ビームで走査することからなるイオンの質量分析法。

5. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させ

るように1次ビームで衝撃すること、前記2次イオンを物点スリットにその幅方向において収束させること、その収束された2次的イオンを前記物点スリットの幅方向において質量分散すること、前記試料を前記物点スリットの幅方向にステップ状に移動させること、その試料のステップ移動ごとにその試料をその試料の移動方向に対して実質的に直角な方向に1次ビームで走査することからなるイオンの質量分析法。

6. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させるように1次ビームで衝撃する手段と、前記2次イオンを質量分析する手段と、前記試料および1次ビームのうちの一方を他方に対して第1の方向に、他方を一方に対して前記第1の方向に対して実質的に直角な第2の方向にそれぞれ移動させる手段とを備え、それによって前記試料は前記1次ビームで事実上2次的に走査されることを特徴とするイオンの質量分析装置。
7. 試料を、該試料から2次的イオンを発生させるように1次ビームで衝撃する手段、前記2次

量分析装置。

10. 前記試料走査手段は前記走査ごとに走査終了信号を発生する手段を含み、前記試料移動手段は前記走査終了信号により前記試料をステップ移動させるように構成されている特許請求の範囲第9項にもとづくイオンの質量分析装置。
11. 前記1次ビームによる前記試料の走査幅に対応する信号を発生する手段と、前記試料の移動量に対応する信号を発生する手段と、前記両信号を比較して前記試料の走査幅と前記試料の移動量が実質的に等しくなったときに前記試料の移動を停止させる信号を発生する手段を備えている特許請求の範囲第10項にもとづくイオンの質量分析装置。
12. 前記試料移動停止信号にもとづいて前記試料の移動を反転させる手段を含む特許請求の範囲第11項にもとづくイオンの質量分析装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はイオンの質量分析法および装置、特に

的イオンを質量分散する手段と、その分散された2次的イオンを検出する手段と、前記試料を前記質量分散の方向に移動させる手段と、その試料の移動に関連してその試料を前記1次ビームで前記試料の移動方向に対して実質的に直角な方向に走査する手段とを備えているイオンの質量分析装置。

8. 前記試料移動手段は前記試料をステップ状に移動するように構成され、前記試料走査手段は前記試料のステップ移動ごとにその試料を前記1次ビームで走査するように構成されている特許請求の範囲第7項にもとづくイオンの質量分析装置。
9. 前記試料と前記質量分散手段との間に配置された物点スリットと、前記試料からの2次的イオンを前記物点スリットに前記質量分散方向において収束する手段とを備え、前記物点スリットはこれを通る2次的イオン量を前記質量分散方向において制限するのに十分な幅をもっている特許請求の範囲第8項にもとづくイオンの質

試料をイオンまたは中性粒子で衝撃しそれによつて試料から発生する2次イオンを質量分析するのに適したイオンの質量分析法および装置に関する。
〔従来の技術〕

試料をイオンビームまたは中性粒子ビーム(1次ビーム)で衝撃しそれによつて試料から発生する2次イオンを質量分析する装置において試料の深さ方向の元素濃度分布を高精度をもつて測定する技法としてエレクトロニツクアパーチャ法が知られている(たとえば特許第925,396号)。この技法では、第2図に示す如く、ビーム径 d の1次ビームで試料をX方向に Δx 、Y方向に Δy だけラスタ走査する。このラスタ走査により、試料が第2図(b)に示す如く走査幅 Δx の範囲内で、均一にスパッタされる。このラスタ走査範囲の中央部 Δx と Δy の領域から放出する二次イオンのみデータとして収集される。この技法の採用により高精度の深さ方向分析を実現することができる。

しかしながら、この技法で数100 μ m以上の

比較的広範囲の走査をする場合、走査中心部より離れた領域では2次イオン収集効率が低下し感度的に限界があることが分かった。第3図(a)に2次イオン質量分析装置の物点スリットの形状を、第3図(b)にスリットのX方向に1次ビームを走査したときの検出2次イオン強度変化を、第3図(c)にY方向の検出2次イオン強度変化を各示す。これらのデータは試料がX、Y方向に濃度が一定である場合のもので検出2次イオン強度の変化はX方向において顕著であることがわかる。特に高分解能測定のため物点スリット幅 S_0 を狭くするとこの傾向はよりいっそう顕著となる欠点がある。

〔発明が解決しようとする課題〕

以上のように従来技術では一次イオンビームを走査した場合の2次イオン収集効率については配慮がされておらず、感度的に不十分であつた。また元素分布像においては、中央部が明るく、周辺部では暗くなるという問題点があつた。

本発明の目的は2次元領域から得られる2次イ

オンの収集効率を一様にするのに適したイオンの質量分析法および装置を提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明によれば、試料および該試料を衝撃すべき1次ビームのうち的一方が他方に対して第1の方向に、他方が一方に対して前記第1の方向に対して実質的に直角な第2の方向にそれぞれ移動される。

〔作用〕

このような本発明によれば、2次イオンの収集効率の一様性に乏しい方向における従来の試料の1次ビームによる走査を試料の移動で置き換えることができる。そうすれば、その方向においては1次ビームを移動させる必要がなくなるから、その方向においても2次イオンの収集効率の一様性はそこなわれなくなり、したがって2次イオンが発生されるべき2次元領域全体にわたって2次イオンの収集効率が一様となる。

〔実施例〕

以下、本発明の一実施例を第1図および第4図

により説明する。第1図に、本発明の基本動作原理図を示す。イオン源1で生成され、加速された1次イオンビーム2はレンズ系3および偏向器4を介して試料5を衝撃する。1次ビームは高速中性粒子ビームであつてもよい。試料5より放出した2次イオン7は、引出電極6により引出され、レンズ8によつて物点スリット9に収束される。スリット9を出た2次イオンは質量分析計10に導入され、質量分析される。質量分析計10は質量分散用の磁場を発生する磁石を含み、更に多くの場合、速度分散用の電場を発生する電極を含む。電場および磁場により二重収束された2次イオンは検出器によつて検出される。一方、1次イオンビーム偏向器4と試料微動装置11には偏向走査装置12が接続され、これは偏向制御信号13および試料移動制御信号14を偏向器4および試料微動装置11に与える。一般に1次イオンビームの偏向器4としては、平行平板形の静電偏向器が用いられる。

加速電圧 V_a で加速された一次イオンビームを

試料上で d_1 の偏向をする時、静電偏向器の印加電圧 V と偏向量 d_1 の関係は次式となる。

$$d_1 = K_1 \cdot V_a / V \quad \dots (1)$$

ここで K_1 は、偏向器の寸法によつて決まる定数である。

一方、試料微動装置の駆動源としてパルスモータが用いられる。この場合、試料の微動量 d_2 とパルス数 N_p の間には次の関係がある。

$$d_2 = K_2 \cdot N_p \quad \dots (2)$$

ここで K_2 は、パルスモータ試料微動装置のパルス1ヶ当りの微動量である。 K_2 としては1 [μm /パルス]となるように設計している場合、パルス数が、 μm 単位での微動量となる。

2次イオン質量分析法で深さ方向分析をする場合、(1)式の d_1 と(2)式の d_2 を変え得ることが望ましい。 d_1 は偏向器の印加電圧 V によつて、 d_2 はパルス数 N_p によつて変えられることになる。 d_1 と d_2 を等しくする場合、(1)式と(2)式より次式の如く、 N_p は V_a に比例させることが必要である。

$$N_F = K_1 \cdot V_s / K_2 \cdot V_a = K_3 \cdot V_a \dots (3)$$

一方、電気的走査時間は一般に数10～数1000〔msec/フレーム〕である。X走査本数すなわち試料の移動ステップ数を100とすると1ステップ当りのY走査の時間は0.1～数10〔msec〕となる。これに対しパルスモータの応答は250～1000〔パルス/sec〕であるので、1パルス当り1～4〔msec〕となる。

以上述べた如く、電気的走査すなわち試料の1次イオンビームによる走査と機械的走査すなわち試料の移動の各特性を考慮した偏向走査装置12が必要である。

本発明の偏向走査装置12の一実施例を第4図に示す。第4図の説明の前に、第5図に示す従来の電気的走査法の一例について説明する。

走査開始停止設定器21より走査開始信号21Aが出ると、X方向ゲート回路23は発振器22からのパルス22Aをアップダウンカウンタ24のアップカウント入力端子に入力する。アップダウンカウンタ24の計数値24CはD/A変換器

回路のゲート回路30へ送る。ゲート回路30はアップダウンカウンタ31のアップカウント入力端子へパルス30Aを送る。カウンタ31はX走査の場合と同じように、計数値31CをD/A変換器32でアナログ値に変換し、走査幅設定回路33で走査幅に応じた値に設定する。この電圧を偏向電源34へ入力し偏向電圧をY方向の偏向器35へ印加する。

この偏向走査装置ではXおよびYの走査幅設定回路26, 33を連動させることにより容易に走査幅の設定が出来る。また前述の走査時間に対して十分に応答出来る。

次に本発明の電気的走査と機械的走査の併用走査の偏向走査装置の一実施例を第4図により説明する。

走査開始停止設定器21より走査開始信号21Aが出るとY方向ゲート回路30は、発振器22からのパルス22Aをアップダウンカウンタ31のアップカウント入力端子に入力する。アップダウンカウンタ31の計数値31CはD/A変換器

25でアナログ値に変換される。このアナログ値は走査幅設定回路26で走査幅に応じた値に設定される。この電圧を偏向電源27へ入力して偏向電圧を出力し一次イオン偏向装置12のX方向偏向器28に印加する。

アップダウンカウンタ24の計数値が飽和値に達するとカウンタ24はキャリー信号24A(単一走査終了信号)を出力する。ゲート回路29はキャリー信号24Aを受信すると状態信号29Aをゲート回路23へ送る。ゲート回路23は、カウンタ24のダウンカウント入力端子へパルス23Bを入力する。これによりカウンタ24の飽和計数値は1カウントずつ減少する。このようにしてカウンタ24の計数値が0になるとボロウ信号(単一走査終了信号)24Bを出力しゲート回路29、ゲート回路23はカウンタ24をアップカウント入力へ切替える。このようにしてX走査は三角波走査となる。

一方、ゲート回路29はキャリー信号24Aとボロウ信号24Bを入力パルス信号としてY走査

32でアナログ値に変換される。このアナログ値は走査幅設定回路33で走査幅に応じた値に設定される。この電圧を偏向電源34へ入力し、出力偏向電圧を一次イオン偏向装置12のY方向偏向電極35へ印加する。ここでX方向偏向電極は接地または取外して動作なくする。

アップダウンカウンタ31の計数値が飽和値に達するとカウンタ31はキャリー信号31A(単一走査終了信号)を出力する。ゲート回路36はキャリー信号31Aを受信すると状態信号36Aをゲート回路30へ送る。ゲート回路30はカウンタ31のダウンカウント入力端子へパルス22Aを入力する。これによりカウンタ31の飽和計数値は1カウントずつ減少する。このようにしてカウンタ31の計数値が0になるとボロウ信号(単一走査終了信号)31Bを出力しゲート回路36、ゲート回路30はカウンタ31をアップカウント入力へ切替える。このようにしてY走査は三角波走査となる。

一方、ゲート回路44はキャリー信号31Aと

ボロウ信号31Bを入力パルス36Aとして、パルスモータ電源45の時計方向回転入力端子（または反時計方向入力端子）へ入力する。パルスモータ電源45は試料微動装置11のX方向駆動パルスモータ46へパルス45Aを入力する。これによりパルスモータ46は所定の角度回転し、試料台47を微動する。

また、カウンタ40は前記キャリヤ信号31Aとボロウ信号31Bを計数する。この計数値をD/A変換器41でアナログ信号に変換し、電圧設定器42で所定の電圧にした後、比較器43へ入力する。比較器43は、Y走査幅設定器33の出力電圧33Aと同じ電圧になるとパルス43Aを出力し、ゲート回路44へ送る。ゲート回路44はパルス43Aを受信するとパルスモータ電源45の反時計方向回転入力端子（または時計方向入力端子）へパルス36Aを入力する。

これによりパルスモータ46は反転し試料台47は逆方向に微動する。このように試料台47は所定の走査幅の往復微動を繰返す。

以上の結果、電氣的走査と機械的走査のマツチングがとれ、高感度分析を実現できる。

本実施例による走査法を第6図(b)に示す。 Δy の走査が電氣的に行なわれ、 Δx の走査が機械的に行なわれる。 d は1次イオンビーム径である。また、第6図(a)は第3図(a)と同様に物点スリットを示し、第6図(c)、(d)は第3図(b)、(c)に対応するものである。

第6図(c)、(d)から明らかなように、 $\Delta x \times \Delta y$ の2次元領域内で得られる2次イオンの収集効率は実質的に一様である。

なお、実施例では省略したが、以上の実施例に知られているエレクトロニクスアパーチャ法を適用し、深さ方向分析の精度を向上させることができる。

〔発明の効果〕

本発明によれば、2次元領域から得られる2次イオンの収集効率を一様にするのに適したイオンの質量分析法および装置が提供される。

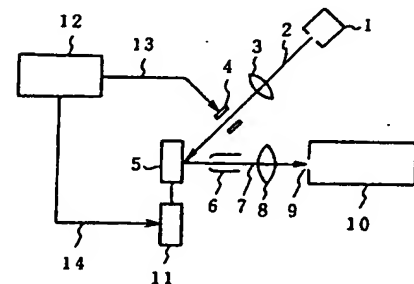
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の原理説明図、第2図は従来の電氣的走査法の原理説明図、第3図は従来の走査法による検出電流特性図、第4図は本発明の要部の一実施例のブロック図、第5図は従来例のブロック図、第6図は本発明の一実施例による検出電流特性図である。

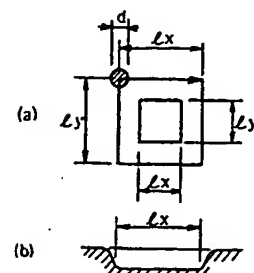
1…イオン源、5…試料、10…質量分析計、
11…試料微動装置、12…偏向走査装置。

代理人 弁理士 小川勝男

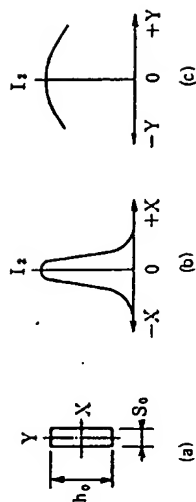
第 1 図



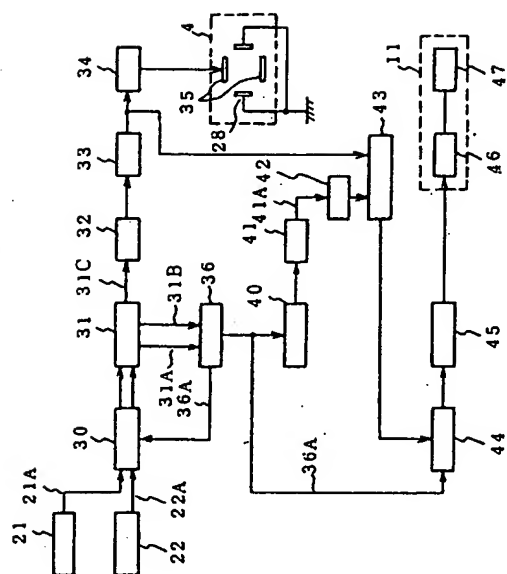
第 2 図



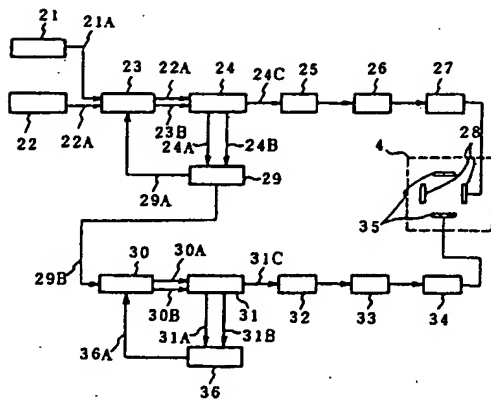
第 3 図



第 4 図



第 5 図



第 6 図

